



B  
93

PATENT  
3273-0152P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Ikuo TAKAHASHI et al. Conf.: 2890  
Appl. No.: 10/069,886 Group: 1714  
Filed: March 1, 2002 Examiner: K. A. SANDERS  
For: BIS(CIS-3,3,5-TRIMETHYLCYCLOHEXYL)  
PHTHALATE, PROCESS FOR PRODUCING THE  
SAME, AND THERMOPLASTIC REINS  
COMPOSITION

L E T T E R

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

June 29, 2004

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2000-201628	July 3, 2000

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By   
Gerald M. Murphy, Jr., #28,977

P.O. Box 747  
Falls Church, VA 22040-0747  
(703) 205-8000

GMM/las  
3273-0152P

Attachment(s)



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

IKUO TAKAHASHI et al.  
10/069,880  
Filed March 1, 2002  
BSKB LLP  
(703) 205-8000  
10+1  
Docket # 3273-0152P

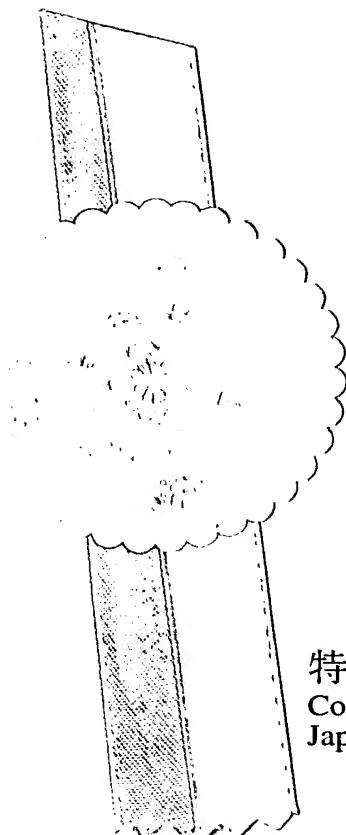
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 0 年    7 月    3 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 0 - 2 0 1 6 2 8  
Application Number:  
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 0 - 2 0 1 6 2 8 ]

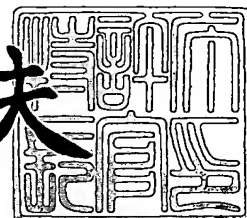
出      願      人                      ダイセル化学工業株式会社  
Applicant(s):



特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

2 0 0 4 年    5 月 2 8 日

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 4 - 3 0 4 6 2 3 0

【書類名】 特許願

【整理番号】 P00DC034

【提出日】 平成12年 7月 3日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07C 69/03  
C07C 69/80

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県神戸市西区中野 2 丁目 7 - 4

【氏名】 高橋 郁夫

【特許出願人】

【識別番号】 000002901

【氏名又は名称】 ダイセル化学工業株式会社

【代表者】 小川 大介

【代理人】

【識別番号】 100101362

【弁理士】

【氏名又は名称】 後藤 幸久

【電話番号】 06-6242-0320

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 053718

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9800456

【プルーフの要否】 要

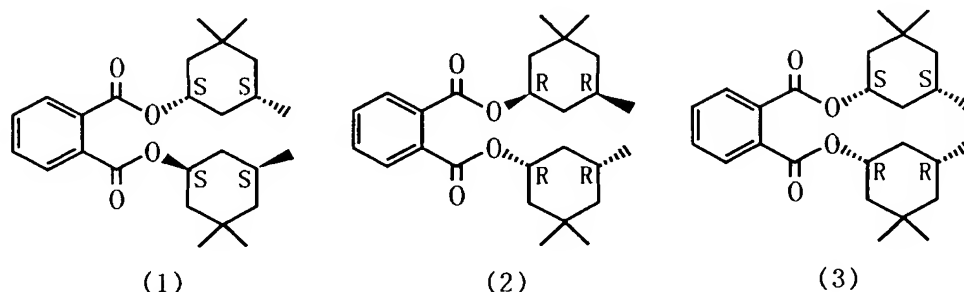
【書類名】 明細書

【発明の名称】 ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法、及び熱可塑性樹脂組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記式（1）、（2）及び（3）

【化 1】



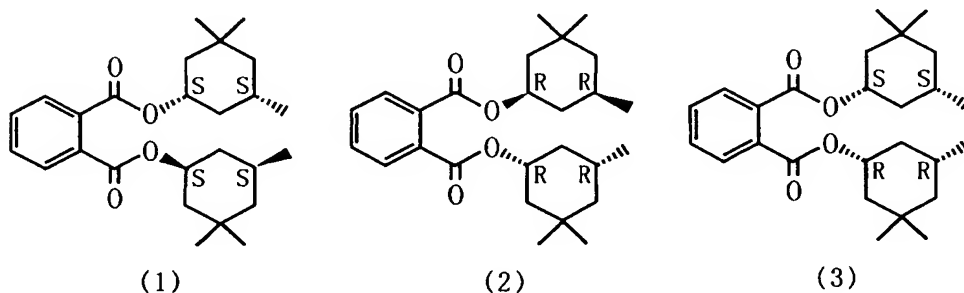
で表される立体異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート。

$50 \text{ モル}\% < a + b$ 、又は  $50 \text{ モル}\% < c$

[式中、 $a$ 、 $b$  及び  $c$  は、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される立体異性体の割合（モル%）を示し、 $a + b + c = 100 \text{ モル}\%$ である]

【請求項 2】 シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの立体異性体混合物を精製して、下記式（1）、（2）及び（3）

【化 2】



で表される立体異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチル

シクロヘキシル) フタレートを得るビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの製造方法。

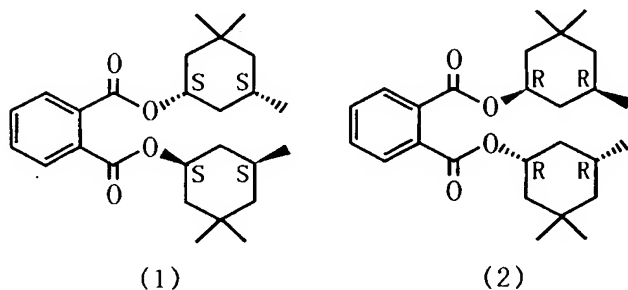
50モル% < a + b、又は50モル% < c

[式中、a、b及びcは、それぞれ式(1)、式(2)及び式(3)で表される立体異性体の割合(モル%)を示し、a + b + c = 100モル%である]

【請求項3】 ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの立体異性体混合物の精製を晶析により行う請求項2記載のビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの製造方法。

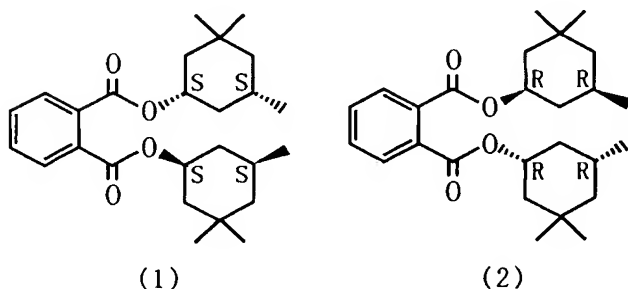
【請求項4】 下記式(1)で表される化合物と式(2)で表される化合物からなるd l-ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート。

【化3】



【請求項5】 下記式(1)又は(2)で表される光学活性なビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート。

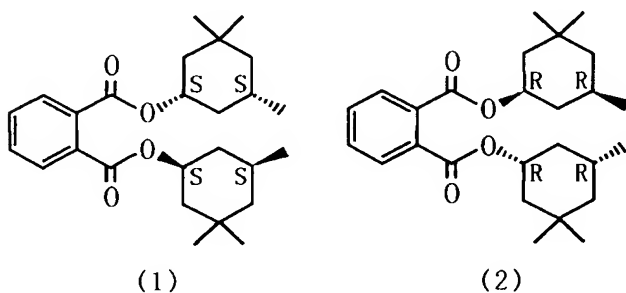
【化4】



【請求項6】 シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られるビス (シス-3, 3, 5-トリ

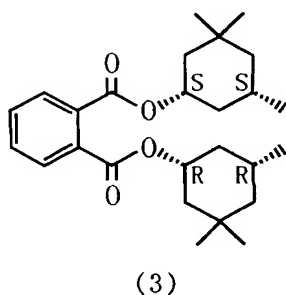
メチルシクロヘキシル) フタレート) の立体異性体混合物を光学分割して、下記式 (1) 又は (2) で表される光学活性なビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートを得る光学活性ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの製造方法。

## 【化 5】



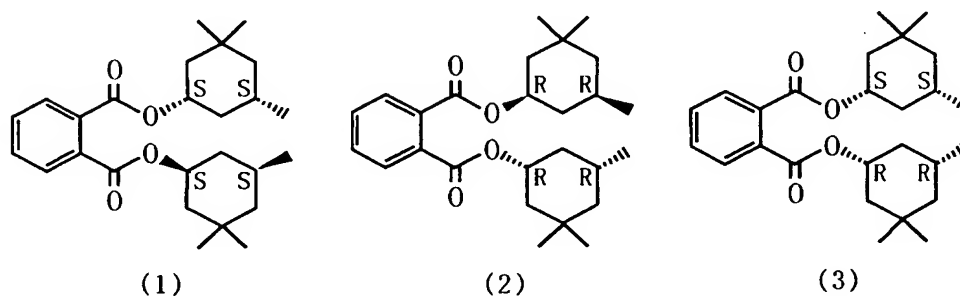
【請求項 7】 下記式 (3) で表される *meso*-ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート。

## 【化 6】



【請求項 8】 熱可塑性樹脂及び固体可塑剤を含有する熱可塑性樹脂組成物であって、固体可塑剤が、下記式 (1)、(2) 及び (3)

## 【化 7】



で表される立体異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートである熱可塑性樹脂組成物。

$50\text{モル}\% < a + b$ 、又は  $50\text{モル}\% < c$

[式中、 $a$ 、 $b$ 及び $c$ は、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される異性体の割合（モル%）を示し、 $a + b + c = 100\text{モル}\%$ である]

【請求項9】 さらに粘着付与剤を含有する請求項8記載の熱可塑性樹脂組成物。

【請求項10】 熱可塑性樹脂が水に分散した水性組成物である請求項8又は9記載の熱可塑性樹脂組成物。

【請求項11】 請求項8～10の何れかの項に記載の熱可塑性樹脂組成物を含有する感熱性粘着剤。

【請求項12】 基材シートの少なくとも一方の面に請求項11記載の感熱性粘着剤で構成された粘着剤層が設けられている感熱性粘着シート。

【請求項13】 基材シートの少なくとも一方の面に請求項11記載の感熱性粘着剤を塗工して粘着剤層を設ける感熱性粘着シートの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、3種の立体異性体を特定の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法、dl-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、光学活性ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法、meso-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを固体可塑剤として含む熱可塑性樹脂組成物と感熱性粘着剤、及び前記感熱性粘着剤を用いた感熱性粘着シートとその製造方法に関する。

【0002】

前記3種の立体異性体を特定の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、dl-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシ

クロヘキシル) フタレート及びmeso-ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートは、ディレドタック粘着剤(感熱性粘着剤)、ホットメルト接着剤、熱転写受像材料、カラー写真感光剤、溶融型インクジェット用インク、振動吸収材料、鉛筆芯、塩化ビニル樹脂組成物用添加剤、潤滑油や熱媒等の可塑剤、安定化剤などとして有用である。また、前記光学活性ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートは、光学分割剤、医薬品等の精密化学品の中間原料などとして有用である。

### 【0003】

#### 【従来の技術】

ビス(3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートは、いわゆるディレドタックラベル等に使用される感熱性粘着剤の固体可塑剤として利用できることが知られている。例えば、特開2000-53874号公報には、熱可塑性樹脂と、固体可塑剤としてトランス体とシス体との重量比(トランス体/シス体)が0/100~40/60であるビス(3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートとを含有する熱可塑性樹脂組成物が開示されており、この組成物が感熱性粘着剤として使用できることが記載されている。また、この文献には、ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート(融点: 93℃)を固体可塑剤として含む感熱性粘着剤を用いた感熱性粘着シートは、従来のジシクロヘキシルフタレートを固体可塑剤として用いた感熱性粘着シートと比較して耐ブロッキング性及び接着強度に優れていることが記載されている。しかし、用途により、さらに耐ブロッキング性や接着強度を向上できる固体可塑剤、また接着強度や透明性の持続性に優れた固体可塑剤が求められている。

### 【0004】

ビス(3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの物理化学的性質は、ペッピアットとウィカーらによって「ジャーナル オブ ケミカル ソサイエティ」、1955年、第3122ページ(E. G. Peppiatt and R.J.Wicker J. Chem. Soc., (1955) 3122)に報告されており、ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルヘキシル) フタレートの融点は93℃、ビス(トランス-3, 3, 5-トリメチルヘキシル) フタレートの融点は57℃と記載されている。これらの報告以外にビ



ス（3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート of 物理化学的性質について、特に立体構造と融点その他の物性との関係に言及した報告は見当たらない。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の目的は、接着強度や耐ブロッキング性に優れた感熱性粘着剤を得る上で有用なビス（シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法、及び熱可塑性樹脂組成物を提供することにある。

本発明の他の目的は、接着強度や透明性の持続性に優れた感熱性粘着剤を得る上で有用なビス（シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法、及び熱可塑性樹脂組成物を提供することにある。

本発明のさらに他の目的は、ビス（シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの新規な立体異性体を提供することにある。

本発明の他の目的は、新規な光学活性ビス（シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートとその製造方法を提供することにある。

本発明のさらに他の目的は、耐ブロッキング性及び／又は接着強度に優れた感熱粘着剤と感熱性粘着シート、及び該感熱性粘着シートの製造方法を提供することにある。

本発明の他の目的は、高い接着強度及び透明性を長期に亘って維持できる感熱粘着剤と感熱性粘着シート、及び該感熱性粘着シートの製造方法を提供することにある。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

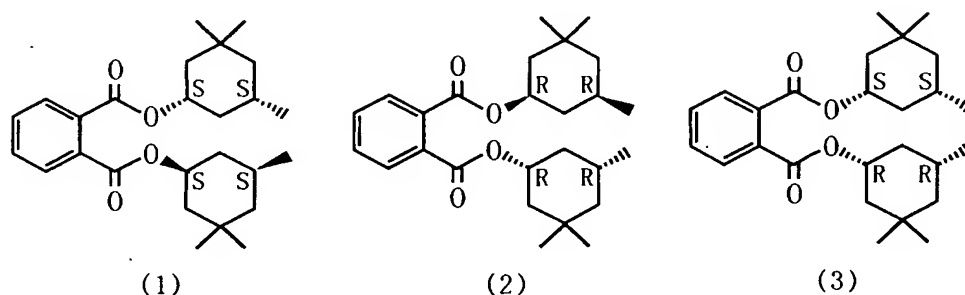
本発明者らは上記目的を達成するため鋭意検討した結果、シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体との反応により得られるビス（シス-3，3，5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートに、3種の立体異性体が存在することを初めて明らかにするとともに、前記立体異性体の割合を特定の範囲に規定すると、感熱性粘着剤の固体可塑剤として用いた場合に、耐ブロッキング性、接着強度、透明性などの特性が著しく向上すること、

及び前記ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート of 立体異性体混合物を光学分割すると光学活性なビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが得られることを見出した。本発明はこれらの知見に基づいて完成されたものである。

# 【0007】

すなわち、本発明は、下記式（1）、（2）及び（3）

# 【化8】



で表される立体異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを提供する。

$$50 \text{ モル}\% < a + b, \text{ 又は } 50 \text{ モル}\% < c$$

[式中、a、b 及び c は、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される立体異性体の割合（モル%）を示し、 $a + b + c = 100 \text{ モル}\%$ である]

# 【0008】

本発明は、また、シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの異性体混合物を精製して、上記式（1）、（2）及び（3）で表される異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを得るビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの製造方法を提供する。

$$50 \text{ モル}\% < a + b, \text{ 又は } 50 \text{ モル}\% < c$$

[式中、a、b 及び c は、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される立体異性体の割合（モル%）を示し、 $a + b + c = 100 \text{ モル}\%$ である]

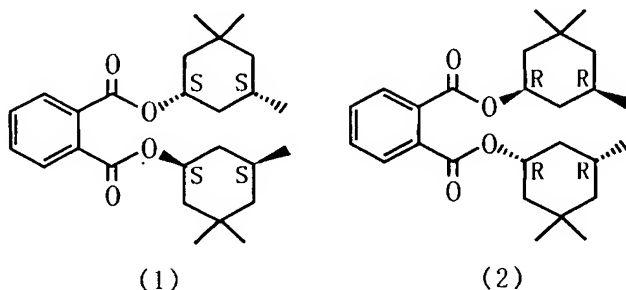
前記ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの立体

異性体混合物の精製は、例えば晶析により行われる。

【0009】

本発明は、さらに、下記式(1)で表される化合物と式(2)で表される化合物からなる d1-ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを提供する。

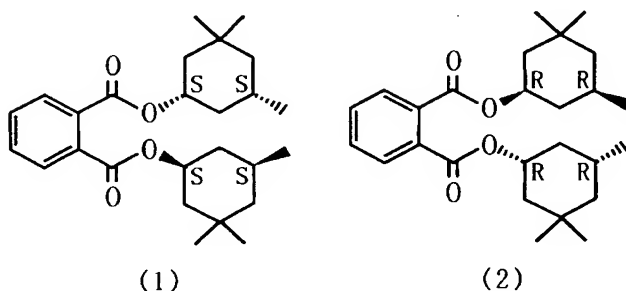
【化9】



【0010】

本発明は、さらにまた、下記式(1)又は(2)で表される光学活性なビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを提供する。

【化10】



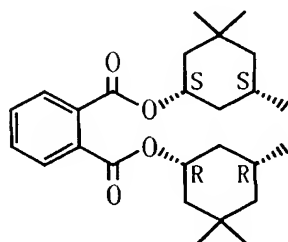
【0011】

本発明は、また、シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られるビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートの異性体混合物を光学分割して、前記式(1)又は(2)で表される光学活性なビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを得る光学活性ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートの製造方法を提供する。

## 【0012】

本発明は、さらにまた、下記式(3)で表される *meso*-ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを提供する。

## 【化11】



(3)

## 【0013】

本発明は、また、熱可塑性樹脂及び固体可塑剤を含有する熱可塑性樹脂組成物であって、固体可塑剤が、上記式(1)、(2)及び(3)で表される立体異性体を下記の割合で含むビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートである熱可塑性樹脂組成物を提供する。

50モル% < a + b、又は 50モル% < c

[式中、a、b及びcは、それぞれ式(1)、式(2)及び式(3)で表される立体異性体の割合(モル%)を示し、 $a + b + c = 100$ モル%である]

この熱可塑性樹脂組成物は、さらに粘着付与剤を含有していてもよく、また、熱可塑性樹脂が水に分散した水性組成物であってもよい。

## 【0014】

本発明は、さらに、上記の熱可塑性樹脂組成物を含有する感熱性粘着剤を提供する。

本発明は、さらにまた、基材シートの少なくとも一方の面に上記の感熱性粘着剤で構成された粘着剤層が設けられている感熱性粘着シートを提供する。

本発明は、さらに、基材シートの少なくとも一方の面に上記の感熱性粘着剤を塗工して粘着剤層を設ける感熱性粘着シートの製造方法を提供する。

なお、前記各式中、R、Sは立体配置の表記法であり、R: rectus、S: sinisterの略号である。

## 【0015】

## 【発明の実施の形態】

本発明のビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートは、前記式（1）で表されるビス〔（1S, 5S）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートと、式（2）で表されるビス〔（1R, 5R）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートと、式（3）で表される〔（1S, 5S）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕〔（1R, 5R）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートの3種の立体異性体を下記の割合で含む。

50モル% < a + b、又は50モル% < c

## 【0016】

前記a、b及びcは、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される異性体の割合（モル%）を示し、 $a + b + c = 100$ モル%である。

## 【0017】

本明細書では、前記式（1）で表されるビス〔（1S, 5S）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートと式（2）で表されるビス〔（1R, 5R）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートとの等量混合物をdl-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートと称し、式（3）で表される〔（1S, 5S）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕〔（1R, 5R）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートをmeso-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートと称することがある。

## 【0018】

前記a + bが50モル%を超えるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、好ましくはa + bが51モル%以上、さらに好ましくはa + bが56モル%以上、特にa + bが60モル%以上であるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを感熱粘着剤の固体可塑剤として用いると、ラベルの貼付温度で熔融して容易に熱可塑性樹脂を可塑化するとともに、 $a + b = c = 50$ モル%であるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシク

ロヘキシル) フタレートと比較して、接着強度及び耐ブロッキング性が顕著に向上する。

#### 【0019】

一方、cが50モル%を超えるビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート、好ましくはcが51モル%以上、さらに好ましくはcが56モル%以上、特にcが60モル%以上(とりわけ80モル%以上)であるビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートを感熱粘着剤の固体可塑剤として用いると、少量の熱量で熔融し、粘着剤層が短時間で均一化するため、 $a + b = c = 50$ モル%であるビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートと比較して、耐ブロッキング性を保持しつつ、接着強度が向上するとともに、粘着剤層の透明性が向上する。また、接着強度や透明性の持続性にも優れる。

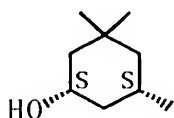
#### 【0020】

本発明のビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートは、シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られるビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの立体異性体混合物を精製することにより製造できる。

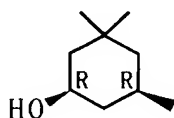
#### 【0021】

反応原料として用いるシス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとしては、通常、下記式(4)で表される(1S, 5S)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールと式(5)で表される(1R, 5R)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールの等量混合物が使用される。

#### 【化12】



(4)



(5)

#### 【0022】

シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性

誘導体とを反応させる際のシス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールの使用量は、フタル酸又はその反応性誘導体に対して、1.8～50モル倍程度、好ましくは1.9～5倍モル程度、さらに好ましくは2.0～2.5倍モル程度である。過剰のシス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールを溶媒として用いることもできる。

#### 【0023】

前記フタル酸の反応性誘導体としては、無水フタル酸；ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジフェニルフタレート等のフタル酸エステル；フタル酸ジクロリド、フタル酸ジブロミド等のフタル酸ハライドなどが挙げられる。これらの中でも、好ましくは無水フタル酸である。

#### 【0024】

本反応系において基質であるフタル酸又はその反応性誘導体の濃度は特に制限されないが、例えば5～40重量%、好ましくは10～30重量%程度である。反応温度は、基質の種類に応じて適宜選択できるが、一般には-10℃～250℃程度、好ましくは0～200℃程度である。

#### 【0025】

反応は、基質の種類に応じて、脱水反応、エステル交換反応、脱ハロゲン化水素反応等の中から選択される。例えば、基質としてフタル酸、無水フタル酸、フタル酸エステルを用いる場合には、脱水又はエステル交換によりビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが生成する。また、基質としてフタル酸クロリド等のフタル酸ジハライドを用いる場合には、脱ハロゲン化水素によりビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが生成する。

#### 【0026】

反応は溶媒の存在下又は非存在下で行われる。前記溶媒としては、反応に不活性な溶媒、例えば、ヘキサン、ヘプタン、オクタン等の脂肪族炭化水素；シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂環式炭化水素；ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン等の芳香族炭化水素；酢酸、プロピオン酸、酪酸、乳酸、トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸等の有機酸；ジエチルエーテル、ジブチル

エーテル、テトラヒドロフラン、1, 4-ジオキサン等の鎖状又は環状エーテルなどの含酸素有機溶媒；四塩化炭素、クロロホルム、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素；ピリジン、ピコリン、アセトニトリル、ベンゾニトリル等の含窒素有機溶媒；エステル；ケトン；アミド；アミン；スルホキシド；ニトロ化合物；これらの混合溶媒などが挙げられる。これらの中でも、ヘキサン、ヘプタン、トルエン、キシレン、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、クロロホルム、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン、ピリジン、アセトニトリルなどが好ましく使用される。

#### 【0027】

反応は、必要に応じて、触媒の存在下で行われる。触媒としては、脱水反応、エステル交換反応、脱ハロゲン化水素反応の触媒として通常使用される触媒、例えば、酸触媒、塩基触媒、中性触媒等の何れも使用できる。

#### 【0028】

酸触媒として、例えば、無機酸（例えば、硫酸、発煙硫酸、無水硫酸、塩酸、リン酸、フッ化ホウ素酸、フッ化水素酸、フッ化スルホン酸、クロルスルホン酸、ヘテロポリ酸等）、有機酸（例えば、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸等のスルホン酸；クロロ酢酸、トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸等のハロゲンカルボン酸、ピクリン酸等）などのプロトン酸を使用できる。また、酸触媒として、ハメット (Hammett) の酸度関数  $H_0$  が  $-11.93$  よりも小さい超強酸（例えば、 $ClSO_3H-BF_3$ 、 $FSO_3H-BF_3$ 、 $HF-NbF_5$ 、 $HF-TaF_5$ 、 $SbF_5$ 、 $HF-SbF_5$ 、 $SbF_5-FSO_3H$ 、 $FSO_3H-TaF_5$ 、 $SbF_5-CF_3SO_3H$  など）を使用することもできる。さらに、酸触媒として、例えば、 $BF_3$ 、 $BF_3OEt_2$  (Et はエチル基を示す)、 $AlCl_3$ 、 $FeCl_3$ 、 $ZnCl_2$ 、 $TiCl_2$ 、 $TiCl_4$ 、 $SnCl_2$ 、 $SnCl_4$ 、 $MgCl_2$  等のルイス酸も使用できる。

#### 【0029】

塩基触媒には有機塩基及び無機塩基が含まれる。有機塩基としては、例えば、t-ブチルアミン、t-ペンチルアミン、t-ヘキシルアミン、t-オクチルア



ミン、ジ-*t*-ブチルアミン、ジ-*t*-ペンチルアミン、ジ-*t*-ヘキシルアミン、ジ-*t*-オクチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、*N*-メチルピペリジン等の鎖状又は環状アミン類；ピリジン等の含窒素複素環化合物；酢酸ナトリウム等のアルカリ金属又はアルカリ土類金属のカルボン酸塩；ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド等のアルカリ金属のアルコキシドなどが挙げられる。無機塩基としては、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属又はアルカリ土類金属の水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム等のアルカリ金属又はアルカリ土類金属の炭酸塩；炭酸水素ナトリウム等のアルカリ金属の炭酸水素塩；酸化カルシウム等のアルカリ土類金属の酸化物などが挙げられる。

### 【0030】

中性触媒として、例えば、アルミニウムイソプロポキシド、チタンイソプロポキシド等の遷移金属アルコキシド等が挙げられる。

### 【0031】

触媒の使用量は反応条件に応じて有効量であればよく、例えば、フタル酸又はその反応性誘導体 100 重量部に対して 0.001～100 重量部、好ましくは 0.01～10 重量部、さらに好ましくは 0.1～5 重量部程度である。

### 【0032】

触媒として固体触媒、特に固体酸触媒を使用してもよい。固体酸触媒として、例えば、強酸性イオン交換樹脂（スルホン酸基を含有する非多孔質又は多孔質イオン交換樹脂など）、超強酸性イオン交換樹脂（テトラフルオロエチレン重合体にスルホン酸基を含有させたもの）、硫酸塩（ $\text{CaSO}_4$ 、 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 $\text{CuSO}_4$ 、 $\text{NiSO}_4$ 、 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、金属酸化物、複合酸化物、ゼオライト、ヘテロポリ酸などを挙げることができる。

### 【0033】

固体酸触媒の使用量は反応条件で有効量であればよく、例えば、前記基質（無水フタル酸等） 100 重量部に対して 0.1～1000 重量部、好ましくは 1～100 重量部程度である。固体触媒は反応系において分散体（スラリー）として使用してもよく、反応成分が流動可能なカラムに充填して使用してもよい。

## 【0034】

脱水反応では酸触媒を用いる場合が多く、エステル交換反応では酸触媒のほか、塩基触媒や中性触媒も使用される。

## 【0035】

脱ハロゲン化水素反応は、脱ハロゲン化水素剤の存在下又は非存在下で行われる。脱ハロゲン化水素剤として、例えば、アミン類、ピリジン類、ピロリジン類、アミド類、及び無機塩基等が挙げられる。前記アミン類としては、第1級アミン、第2級アミン、第3級アミンの何れも使用でき、例えば、*t*-ブチルアミン、*t*-ペンチルアミン、*t*-ヘキシルアミン、*t*-オクチルアミン、ジ-*t*-ブチルアミン、ジ-*t*-ペンチルアミン、ジ-*t*-ヘキシルアミン、ジ-*t*-オクチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリエチレンジアミン、N,N-ジメチルアニリン、N,N-ジエチルアニリン等が挙げられるが、好ましくはトリエチルアミン等の第3級アミンである。ピリジン類として、例えば、ピリジン、ピコリン等が挙げられる。また、アミド類として、例えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等が挙げられる。無機塩基として、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属又はアルカリ土類金属の水酸化物などが挙げられる。

## 【0036】

上記シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体との反応により生成したビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレート of 立体異性体混合物を精製することにより、本発明のビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを得ることができる。

## 【0037】

精製手段としては、例えば、抽出、晶析(再結晶を含む)、カラムクロマトグラフィー、蒸留などにより行うことができる。これらの中でも、精製手段として晶析などが好ましい。

## 【0038】

晶析による精製は、例えば、反応混合物に、必要に応じて中和処理、濾過、濃

縮等の操作を施した後、晶析溶媒を添加し、濃縮したり温度を降下させて結晶を析出させることにより行われる。

#### 【0039】

前記反応を酸触媒を用いて行った場合には、反応混合物を塩基で中和処理することが多い。塩基としては、例えば、強アルカリ（水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物など）、弱アルカリ（炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属の炭酸塩又は炭酸水素塩）が使用できる。塩基の使用量は酸触媒の使用量に対して、0.3～10当量の範囲から適当に選択できる。触媒として固体触媒を用いる場合には、中和処理は必ずしも必要ではなく、濾別等の方法により反応混合物から固体触媒を分離した濾液を濃縮し、晶析工程に供してもよい。

#### 【0040】

晶析溶媒としては、直鎖状又は分岐鎖状の飽和又は不飽和炭化水素（例えば、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の脂肪族又は脂環式炭化水素類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類等）、有機酸（例えば、酢酸、プロピオン酸、酪酸、乳酸、トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸等）、水、アルコール（例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール、シクロヘキサノール等）、エステル類（例えば、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル等）、ケトン類（例えば、アセトン、ジエチルケトン、エチルメチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、イソホロン、3,3,5-トリメチルシクロヘキサノン等）、エーテル類（例えば、ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、エチレングリコールジメチルエーテル等）、非プロトン性極性溶媒〔アミド系溶媒（例えば、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン等）、アミン系溶媒（例えば、ジメチルアニリン、ピペラジン、ピペリジン等）、スルホキシド系溶媒（例えば、ジメチルスルホキシド、スルホランなど）、ニトリル類（例えば、アセトニトリル、ベンゾニトリル等）、ニトロ化合物（例えば、ニトロメタン、ニトロベンゼン等）など〕などを挙げることができる。溶媒は単独で又

は2種以上を混合して使用してもよい。

#### 【0041】

晶析溶媒の使用量は、晶析効率、目的とする異性体比率等を考慮して適宜設定できるが、一般には、溶質濃度〔ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート濃度〕として2～90重量%程度、好ましくは5～50重量%程度である。

#### 【0042】

本発明のビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートにおける各立体異性体の割合（存在比）は、晶析により精製する場合には、例えば、晶析溶媒の種類、晶析溶媒の量（溶質濃度）、晶析温度などを、また、蒸留により精製する場合には、段数、還流比等の蒸留条件を適宜選択することにより調整できる。また、このような精製により（例えば、晶析を繰り返すことにより）、*d l*-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート及び*meso*-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートをそれぞれ単離することができる。

#### 【0043】

本発明のビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、*d l*-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート及び*meso*-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートは、ディレドタック粘着剤（感熱性粘着剤）、ホットメルト接着剤、熱転写受像材料、カラー写真感光剤、溶融型インクジェット用インク、振動吸収材料、鉛筆芯、塩化ビニル樹脂組成物用添加剤として有用であり、また、有機化合物特に有機高分子化合物、潤滑油、熱媒等の難燃化剤、可塑剤、安定化剤、抗酸化剤等としても有用である。

#### 【0044】

本発明の熱可塑性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂及び固体可塑剤を含有する熱可塑性樹脂組成物であって、固体可塑剤として前記本発明のビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを用いる。

#### 【0045】

前記熱可塑性樹脂としては、例えば、(メタ) アクリル酸エステルの単独又は共重合体、スチレンー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、酢酸ビニルー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、エチレンー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、エチレンー(メタ) アクリル酸共重合体、(メタ) アクリル酸エステルー(メタ) アクリル酸共重合体、スチレンーアクリロニトリルー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、スチレンー(メタ) アクリル酸エステルー(メタ) アクリル酸共重合体、スチレンーアクリロニトリルー(メタ) アクリル酸エステルー(メタ) アクリル酸共重合体、エチレンー酢酸ビニルー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、ビニルピロリドンー(メタ) アクリル酸エステル共重合体、スチレンーブタジエンー(メタ) アクリル酸共重合体などの(メタ) アクリル酸又はそのエステルを単量体として含むアクリル系重合体；酢酸ビニル樹脂、エチレンー酢酸ビニル共重合体などの酢酸ビニルを単量体として含む酢酸ビニル系重合体；スチレンーブタジエン共重合体、イソブチレン樹脂、イソブチレンーイソプレン共重合体、ブタジエン樹脂、スチレンーイソプレン共重合体、アクリロニトリルーブタジエン共重合体などの合成ゴム；天然ゴム；エチレンー塩化ビニル共重合体、塩化ビニルー塩化ビニリデン共重合体、ビニルピロリドンースチレン共重合体、塩素化プロピレン樹脂、ウレタン樹脂、エチルセルロースなどが挙げられる。これらの熱可塑性樹脂は単独で用いてもよく、2種以上併用してもよい。

#### 【0046】

これらの中でも、アクリル系重合体〔例えば、(メタ) アクリル酸エステルを単量体として含むアクリル系重合体〕、酢酸ビニル系重合体、合成ゴム、天然ゴムなどが好ましい。また、前記アクリル系重合体の中でも、特に、アクリル酸エステルーメタクリル酸エステル共重合体（例えば、アクリル酸C<sub>2-20</sub>アルキルエステルーメタクリル酸C<sub>1-4</sub>アルキルエステル共重合体）、アクリル酸エステルーメタクリル酸エステルー(メタ) アクリル酸共重合体（例えば、アクリル酸C<sub>2-20</sub>アルキルエステルーメタクリル酸C<sub>1-4</sub>アルキルエステルー(メタ) アクリル酸共重合体）、アクリル酸エステルースチレンー(メタ) アクリル酸共重合体（例えば、アクリル酸C<sub>2-20</sub>アルキルエステルースチレンー(メタ) アクリル酸共重合体）等のアクリル酸エステル（例えば、アクリル酸C<sub>2-20</sub>アルキルエステ

ル)とメタクリル酸エステル(例えば、メタクリル酸C<sub>1-4</sub>アルキルエステル)又はスチレンとをモノマーとして含むアクリル系共重合体などが好ましい。

#### 【0047】

熱可塑性樹脂のガラス転移温度(T<sub>g</sub>)は、被着物の種類等を考慮し、粘着シートとした場合の接着性及び耐ブロッキング性を損なわない範囲で適宜選択でき、通常、-10~70℃程度、好ましくは0~50℃程度である。前記ガラス転移温度が低すぎると耐ブロッキング性が低下しやすい。また、前記ガラス転移温度が高すぎると、感熱性粘着剤層を形成する際の加熱乾燥時の製膜が不十分になりやすく、また接着性が低下しやすくなる。

#### 【0048】

本発明では、固体可塑剤として前記本発明のビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートのみを用いてもよいが、本発明の効果を損なわない範囲で、前記ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートと他の固体可塑剤とを併用してもよい。

#### 【0049】

他の固体可塑剤としては、例えば、(i)ヒドロキシ化合物(特に、モノヒドロキシ化合物)と多塩基酸(二塩基酸を含む)との多エステル化合物[前記ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル)フタレートを除く]、(ii)ポリヒドロキシ化合物(ジヒドロキシ化合物を含む)と有機一塩基酸(脂肪族、脂環式又は芳香族モノカルボン酸など)とのエステル化合物(モノエステル又は多エステル化合物)、(iii)リン酸エステル類、亜リン酸エステル類、ホスフィン類等のリン化合物などが挙げられる。

#### 【0050】

前記(i)ヒドロキシ化合物と多塩基酸との多エステル化合物の代表的な例として、例えば、ジシクロヘキシルフタレート(融点:63℃)、ジフェニルフタレート(融点:73℃)、ビス(ジメチルシクロヘキシル)フタレート(融点:94℃)、ジメントールフタレート(融点:134℃)、ジボルニルフタレート(融点:136℃)、ビス(t-ブチルシクロヘキシル)フタレート(融点:103, 150℃)等のフタル酸エステル類;ビス(シス-3, 3, 5-トリメチ

ルシクロヘキシル) テレフタレート (融点: 133℃)、ビス (トランス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) テレフタレート (融点: 103℃)、ビス (ジメチルシクロヘキシル) テレフタレート (融点: 89℃) 等のテレフタル酸エステル類などが挙げられる。

#### 【0051】

前記 (ii) ポリヒドロキシ化合物と有機一塩基酸とのエステル化合物の代表的な例として、例えば、安息香酸スクロース (融点: 98℃) などの多価アルコールのカルボン酸エステル類; ハイドロキノンジアセテート (融点: 123℃)、トリメチルハイドロキノンジアセテート (融点: 109℃)、3, 4, 5-トリメチルカテコールジアセテート (融点: 120℃) などの、ベンゼン環がアルキル基で置換されていてもよいハイドロキノン若しくはレゾルシノール又はベンゼン環がアルキル基で置換されたカテコールと有機一塩基酸とのジエステル化合物等が挙げられる。

#### 【0052】

前記 (iii) リン化合物の代表的な例として、例えば、1, 4-シクロヘキサンジメタノールビス (ジフェニルホスフェート) (融点: 97℃)、レゾルシノールビス [ジ (2, 6-ジメチルフェニル) ホスフェート] (融点: 95℃)、トリ (4-メチルフェニル) ホスフェート (融点: 78℃)、トリ (4-tert-ブチルフェニル) ホスファイト (融点: 75℃)、トリフェニルホスフィン (融点: 80℃)、トリ (3-メチルフェニル) ホスフィン (融点: 100℃) などが挙げられる。

#### 【0053】

前記本発明のビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートと他の固体可塑剤とを組み合わせると、固体可塑剤の再結晶化が遅延され、高い透明性及び接着性が長期に亘って持続するという利点が多くなる。この場合の両者の割合は、例えば、前者/後者 = 1/99 ~ 99/1、好ましくは 5/95 ~ 95/5、さらに好ましくは 10/90 ~ 90/10 程度である。

#### 【0054】

本発明の熱可塑性樹脂組成物において、固体可塑剤の含有量は、熱可塑性樹脂 100 重量部に対して、例えば 30～1000 重量部、好ましくは 100～1000 重量部、さらに好ましくは 150～900 重量部程度である。固体可塑剤の量が少なすぎると、加熱時に十分な粘着性が発現しない場合が生じ、また多すぎると、凝集力が低下し十分な接着強度が発現しないことがある。

#### 【0055】

本発明の熱可塑性樹脂組成物は、必要に応じて粘着付与剤を含有していてもよい。前記粘着付与剤としては、例えば、テルペン樹脂、脂肪族系石油樹脂、芳香族系石油樹脂、クマロンーインデン樹脂、スチレン系樹脂、フェノール樹脂、テルペンーフェノール樹脂、ロジン誘導体（ロジン、重合ロジン、水添ロジン及びそれらのグリセリン、ペンタエリスリトール等とのエステル、樹脂酸ダイマー等）、キシレン樹脂等の樹脂類などを使用できる。これらの粘着付与剤は、2 種以上併用してもよい。

#### 【0056】

熱可塑性樹脂組成物中の粘着付与剤の含有量は、熱可塑性樹脂と固体可塑剤の組み合わせに応じて適宜決められるが、好ましくは熱可塑性樹脂 100 重量部に対して 10～600 重量部程度、さらに好ましくは 15～500 重量部程度である。

#### 【0057】

本発明の熱可塑性樹脂組成物には、上記粘着付与剤のほかに、特性を損なわない範囲で慣用の添加剤、例えば、例えば、製膜助剤、消泡剤、塗布性改良剤、増粘剤、滑剤、安定剤（酸化防止剤、紫外線吸収剤、熱安定剤等）、帯電防止剤、ブロッキング防止剤（無機粒子、有機粒子等）、親水性成分などを添加してもよい。

#### 【0058】

本発明の熱可塑性樹脂組成物は、分散剤を用いて熱可塑性樹脂に水を分散させた水性組成物とすることもできる。用いる分散剤は特に限定されるものではなく、従来より公知のアニオン系、ノニオン系分散剤等の何れも使用することができる。アニオン系分散剤としては、カルボン酸塩、硫酸エステル塩、スルホン酸



塩、リン酸エステル塩等を挙げることができ、これらの中でもカルボン酸アンモニウム塩が好ましい。ノニオン系分散剤としては、ポリエチレングリコール型のもの、多価アルコール型のものなどを挙げることができる。

#### 【0059】

前記水性組成物の調製法も、従来より公知の各種の方法を採用することができる。例えば、上記調製法として、本発明の熱可塑性樹脂組成物を構成する各成分を予め混合した後に水に分散させる方法、熱可塑性樹脂エマルジョン又は粘着付与剤エマルジョンに固体可塑剤を分散させた後にこれらのエマルジョンを混合する方法、固体可塑剤を水に分散させておき、この固体可塑剤水分散液に熱可塑性樹脂エマルジョン及び粘着付与剤エマルジョンを混合する方法等が挙げられる。固体可塑剤を上記エマルジョン又は水に分散させる方法としては、溶解させた固体可塑剤を分散させる方法、固体可塑剤を微粉末にしながら分散させる方法及び微粉末にした固体可塑剤を分散させる方法等を例示することができる。

#### 【0060】

前記熱可塑性樹脂エマルジョンは、乳化重合により調製してもよく、また、乳化重合以外の方法により重合体を得た後、必要に応じて添加剤を用いることによりエマルジョン化して調製してもよい。例えば、水溶性の有機溶剤（例えば、イソプロピルアルコールなどのアルコールなど）の存在下で重合した重合体を含む有機溶液に添加剤（例えば、乳化剤、pH調整剤、酸など）を添加した後、水を添加してエマルジョン化し、その後、有機溶剤を除去することにより熱可塑性樹脂エマルジョンを調製することができる。

#### 【0061】

水性組成物中の固体可塑剤の平均粒子径は、好ましくは $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度であり、さらに好ましくは $1 \sim 15 \mu\text{m}$ 程度である。平均粒子径が $0.5 \mu\text{m}$ より小さいと耐ブロッキング性が低下したり、粉碎に時間を要して生産性が低下するおそれがある。平均粒子径が $20 \mu\text{m}$ を超えると塗工面がざらつき、ラベルの品質が低下するおそれがある。

#### 【0062】

本発明の熱可塑性樹脂組成物は、感熱性粘着剤として使用することができ、基

材の少なくとも一方の面に感熱性粘着剤の層（粘着剤層）を形成することにより、感熱性粘着シートが得られる。感熱性粘着剤の層は、感熱性粘着剤を有機溶剤に溶解させて塗工するか、加熱溶融して塗工することにより形成することができる。また、熱可塑性樹脂が水に分散している水性組成物は、これを基材の少なくとも一方の面に塗工して乾燥させることにより、感熱性粘着シートとすることができる。

#### 【0063】

感熱性粘着シートの基材としては、例えば、紙、塗工紙、プラスチックフィルム、木材、布、不織布、金属等を使用できる。プラスチックフィルムを構成するポリマーとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ（メタ）アクリル酸エステル、ポリスチレン、ポリビニルアルコール、エチレン-ビニルアルコール共重合体、酢酸セルロース等のセルロース誘導体、ポリエステル（ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリアルキレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンナフタレート等のポリアルキレンナフタレート等）、ポリカーボネート、ポリアミド（ポリアミド6、ポリアミド6／6、ポリアミド6／10、ポリアミド6／12等）、ポリエステルアミド、ポリエーテル、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリエーテルエステル等が挙げられ、さらにこれらの共重合体、ブレンド物、架橋物を用いてもよい。

#### 【0064】

水性組成物の塗工方法としては、例えば、ロールコーター、エヤナイフコーター、ブレードコーター、ロッドコーター、バーコーター、コンマコーター、グラビアコーター、シルクスクリーンコーター等を用いた方法を挙げることができる。感熱性粘着剤層はグラビア印刷機などを用いた印刷により形成することもできる。感熱性粘着剤層の塗工量は、用途に応じて適宜選択でき、例えば4～20 g／m<sup>2</sup>、好ましくは5～15 g／m<sup>2</sup>程度である。

#### 【0065】

上記感熱性粘着シートは、基材の反対側の面に少なくとも一層のインク吸収層

を形成することにより、記録用シートとして使用できる。

#### 【0066】

また、上記の感熱性粘着シートにおいて、粘着剤層を構成する熱可塑性樹脂として親水性単量体単位を5～50モル%含むアクリル系重合体を用いた場合には、粘着剤層がインク吸収機能をも有するため、インクジェット方式による記録シート、オフセット印刷、フレキソ印刷などの印刷用シート（特に水性インキ用シート）などとして利用できる。

#### 【0067】

さらに、基材としてシュリンクフィルムを用いた場合には、シュリンクラベルとして使用することができる。シュリンクフィルムとして、例えば、ポリ塩化ビニル；ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン；ポリスチレンなどのスチレン系樹脂；ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステル；これらの複合体等からなる一軸又は二軸延伸フィルムなどが挙げられる。シュリンクフィルムの厚みは、例えば15～150 $\mu$ m、好ましくは20～120 $\mu$ m程度である。シュリンクフィルムの少なくとも一方の面には、文字や図柄等を構成する印刷層が形成されていてもよい。また、シュリンクフィルムとディレードタック層（粘着剤層）の間には、隠蔽層や金属蒸着層などが設けられていてもよい。前記シュリンクラベルは、例えば、ペットボトル（ポリエチレンテレフタレート製ボトル）などのプラスチック容器、ガラス容器、金属容器などに使用できる。

#### 【0068】

また、上記感熱性粘着シートは、シート状の被ラミネート物（例えば、写真、印刷物など）を保護するための保護シート用等のラミネート材としても使用できる。

#### 【0069】

本発明の光学活性なビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートは、前記式（1）で表されるビス〔（1S, 5S）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレート、又は式（2）で表されるビス〔（1R, 5R）-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル〕フタレートである。このような光学活性な化合物は、シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタ

ル酸又はその反応性誘導体とを前記のように反応させて得られるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート of 立体異性体混合物〔又は、これを精製して得られる d l-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート〕を光学分割することにより得ることができる。

#### 【0070】

光学分割法としては、ラセミ体から光学活性な化合物を得るために用いる慣用の方法を適用できる。好ましい光学分割法には光学分割カラム〔例えば、CHIRALCEL ODカラム（ダイセル化学工業（株）製）〕を用いて分取する方法等が含まれる。本発明の光学活性ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートは光学分割剤、医薬品等の精密化学品の中間原料などとして有用である。

#### 【0071】

##### 【実施例】

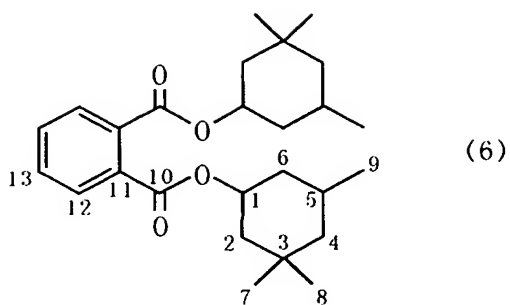
以下に実施例を示して、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらによって限定されるものではない。なお、反応生成物の分析は下記の方法によった。

#### 【0072】

##### 〔構造解析〕

構造解析は $^{13}\text{C}$ -NMR（CDCl<sub>3</sub>）、赤外線吸収スペクトル分析IRで行った。使用機器として、NMRについてはJ E O L製のJNM-A500NMR測定装置、IRについては島津製作所製のFTIR-8100M測定装置を用いた。なお、以下の $^{13}\text{C}$ -NMR構造解析における炭素原子の位置番号は下記式（6）に示す通りである。

## 【化13】



## 【0073】

## [融点の測定方法]

示差走査型熱量計（DSC）島津製作所製を用いて窒素雰囲気下、標準アルミパンに測定対象物を5～10mg程度計量し、昇温速度10℃/分、25℃～150℃で測定した。

## 【0074】

## [光学異性体の分析方法]

高速液体クロマトグラフィー（島津製作所製、LC10）を用いて分析した。

## 測定条件

カラム：CHIRALCEL ODカラム（ダイセル化学工業（株）製）

移動相：ヘキサン／イソプロピルアルコール＝250／1

流速：1.0ml/min

温度：25℃

検出器：UV210nm

注入量：10μl（サンプル濃度：1.0mg/ml）

## 【0075】

## 実施例1

攪拌翼付2Lガラス製3口フラスコにシス-3,3,5-トリメチルシクロヘキサノール313g（2.2モル）、無水フタル酸148g（1.0モル）、トルエン1200mlを仕込み、p-トルエンスルホン酸21g（0.11モル）の触媒の存在下、還流下で反応させた。反応の進行に伴い水が生成するので、これを系外に所定量を留出させた。反応は窒素雰囲気下で6時間行った。無水フタ

ル酸の転化率は99.5%であった。反応終了液に水酸化ナトリウム水溶液 (NaOH: 5.84 g (0.15モル) 含有) 200 ml を加えて中和、洗浄し、さらに水200 ml で洗浄した。有機層を濃縮し、反応混合物を得た。この反応混合物中にメタノール550 ml、トルエン20 ml の混合溶媒を晶析溶媒として加え、溶液温度を60℃に昇温し、完全に溶解させた。その後、20℃まで降温し、結晶を析出させ、ろ過、メタノール洗浄後、乾燥した。その結果、ビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートが収率82%で得られた。

#### 【0076】

得られたビス(シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの融点測定では85℃と94℃の2つのピークが見られた。また、光学分割カラムによる分析結果より、立体異性体の比率は  $(a+b)/c = 54/46$  であった (a、b 及び c は前記に同じ)。検出時間は、式(1)と式(2)の化合物に由来するピークは10.3分、15.6分、式(3)の化合物に由来するピークは12.1分であった。IR解析の結果、エステルの吸収が  $1717\text{ cm}^{-1}$  に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR構造解析の結果、1位; 72.55 ppm、3位; 32.34 ppm、4位; 47.57 ppm、5位; 27.12 ppm、7位(エクソリアル); 33.06 ppm、8位(アキシアル); 25.57 ppm、9位; 22.30 ppm、10位; 167.05 ppm、11位; 132.64 ppm、12位; 130.65 ppm、13位; 128.74 ppmであり、式(1)、式(2)及び式(3)の何れの立体異性体においても共通であった(以下の実施例及び比較例についても同様)。式(1)と式(2)の立体異性体の2位及び6位のシグナルは、それぞれ40.24 ppm、43.85 ppmに観測され、式(3)の立体異性体の2位及び6位のシグナルは、それぞれ40.28 ppm、40.82 ppmに観測された。

#### 【0077】

##### 実施例2

晶析溶媒としてメタノール/トルエンの混合溶媒を使用する代わりにメタノー

ルのみを 1200 ml 使用した以外は実施例 1 と同様の操作を行った。その結果、ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートが収率 76 % で得られた。

得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの融点測定では 86 °C、96 °C の 2 つのピークが見られた。また、光学分割カラムによる分析結果より、立体異性体の比率は  $(a + b) / c = 58 / 42$  であった (a、b 及び c は前記に同じ)。検出時間は、式 (1) と式 (2) の化合物に由来するピークは 10.3 分、15.6 分、式 (3) の化合物に由来するピークは 12.1 分であった。IR 解析の結果、エステルの吸収が  $1717\text{ cm}^{-1}$  に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR 構造解析の結果、式 (1) と式 (2) の立体異性体の 2 位及び 6 位のシグナルは、それぞれ 40.24 ppm、43.85 ppm に観測され、式 (3) の立体異性体の 2 位及び 6 位のシグナルは、それぞれ 40.28 ppm、40.82 ppm に観測された。

### 【0078】

#### 実施例 3

攪拌翼付 2 L ガラス製 3 口フラスコにシス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノール 313 g (2.2 モル)、無水フタル酸 148 g (1.0 モル)、シクロヘキサン 1200 ml を仕込み、p-トルエンスルホン酸 21 g (0.11 モル) の触媒の存在下、還流下で反応させた。反応の進行に伴い水が生成するので、これを系外に所定量を留出させた。反応は窒素雰囲気下で 11 時間行った。無水フタル酸の転化率は 99.1 % であった。反応終了液に水酸化ナトリウム水溶液 (NaOH: 5.84 g (0.15 モル) 含有) 200 ml を加えて中和、洗浄し、さらに水 200 ml で洗浄した。有機層を濃縮し、反応混合物を得た。この反応混合物中にメタノール 300 ml、シクロヘキサン 200 ml の混合溶媒を晶析溶媒として加え、溶液温度を 60 °C に昇温し、完全に溶解させた。その後、20 °C まで降温し、結晶を析出させ、ろ過、メタノール洗浄後、乾燥した。その結果、ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートが収率 65 % で得られた。

## 【0079】

得られたビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの融点測定では86℃と97℃の2つのピークが見られた。また、光学分割カラムによる分析結果より、立体異性体の比率は $(a+b)/c=62/38$ であった（a、b及びcは前記に同じ）。検出時間は、式（1）と式（2）の化合物に由来するピークは10.3分、15.6分、式（3）の化合物に由来するピークは12.1分であった。IR解析の結果、エステルの吸収が $1717\text{ cm}^{-1}$ に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR構造解析の結果、式（1）と式（2）の立体異性体の2位及び6位のシグナルは、それぞれ40.24 ppm、43.85 ppmに観測され、式（3）の立体異性体の2位及び6位のシグナルは、それぞれ40.28 ppm、40.82 ppmに観測された。

## 【0080】

## 実施例 4

晶析溶媒としてメタノール／トルエン（420 ml／60 ml）の混合溶媒を使用し、固形分濃度46%で晶析を行った以外は実施例1と同様の操作を行った。さらに、得られた晶析物に対して上記と同様の組成比の晶析溶媒を用いて晶析を3回繰り返した。その結果、ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが収率38%で得られた。

得られたビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの融点は102℃であった。また、光学分割カラムによる分析結果より、式（1）と式（2）の立体異性体[d1-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート]のみであることが分かった。検出時間は、式（1）と式（2）の化合物に由来するピークは10.3分、15.6分であった。IR解析の結果、エステルの吸収が $1717\text{ cm}^{-1}$ に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR構造解析の結果、式（3）の立体異性体の2位及び6位のシグナルは、それぞれ40.28 ppm、40.82 ppmに観測された。

## 【0081】

## 実施例 5



晶析溶媒としてメタノールを 3500 ml 使用し、固形分濃度約 11% で晶析を行った以外は実施例 1 と同様の操作を行った。晶析での濾液を濃縮することで白色結晶を得た。この結晶に固形分濃度 10% となるようにメタノール溶媒を加えて晶析を行い、濾液を濃縮して白色結晶を得た。この操作を 3 回繰り返した。その結果、ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが収率 44% で得られた。

得られたビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの融点は 79℃ であった。また、光学分割カラムによる分析結果より、式（3）の立体異性体 [meso-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート] のみであることが分かった。検出時間は、式（1）と式（2）の化合物に由来するピークは 10.3 分、15.6 分であった。IR 解析の結果、エステルの吸収が  $1717\text{ cm}^{-1}$  に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR 構造解析の結果、式（1）と式（2）の立体異性体の 2 位及び 6 位のシグナルは、それぞれ 40.24 ppm、43.85 ppm に観測された。

#### 【0082】

##### 比較例 1

晶析溶媒としてエタノールのみを 570 ml 使用した以外は実施例 1 と同様の操作を行った。その結果、ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが収率 80% で得られた。

得られたビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートの融点測定では 93℃ のピークが見られた。また、光学分割カラムによる分析結果より、立体異性体の比率は  $(a+b)/c = 50/50$  であった（a、b 及び c は前記に同じ）。検出時間は、式（1）と式（2）の化合物に由来するピークは 10.3 分、15.6 分、式（3）の化合物に由来するピークは 12.1 分であった。IR 解析の結果、エステルの吸収が  $1717\text{ cm}^{-1}$  に観測された。

$^{13}\text{C}$ -NMR 構造解析の結果、式（1）と式（2）の立体異性体の 2 位及び 6 位のシグナルは、それぞれ 40.24 ppm、43.85 ppm に観測され、式（3）の異性体の 2 位及び 6 位のシグナルは、それぞれ 40.28 ppm、40.82 ppm に観測された。

## 【0083】

## 実施例 6

(固体可塑剤水分散液の調製)

固体可塑剤として実施例 1 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート [ (a+b) / c = 54 / 46 ] 100 重量部、分散剤としてアニオン系界面活性剤 (ポリカルボン酸アンモニウム塩) 15 重量部及び水 80 重量部を混合し、ボールミルを用いて平均粒子径が  $2.2 \mu\text{m}$  になるまで粉碎することにより、ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの水分散液を得た。なお、固体可塑剤の平均粒子径は、レーザ回折式粒度分布測定装置 ( (株) 堀場製作所製、LA-500 ) により測定し、メジアン径で記載した。

(感熱性粘着剤の調製)

上記で調製したビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの水分散液中に、熱可塑性樹脂としてスチレン-ブタジエン-アクリル酸共重合体 (ガラス転移温度  $T_g$ :  $20^\circ\text{C}$ ) の水系エマルジョン、粘着付与剤としての水素添加テルペン樹脂の水系分散液及び水を加えて均一になるまで攪拌し、固形分濃度 54 重量%の感熱性粘着剤を得た。このときの配合比は、固体可塑剤 [ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート] 100 重量部に対して熱可塑性樹脂 (スチレン-ブタジエン-アクリル酸共重合体) 35 重量部、粘着付与剤 (水素添加テルペン樹脂) 20 重量部であった。

(感熱性粘着シートの作製)

上記で調製した感熱性粘着剤を秤量  $84.9 \text{ g/m}^2$  の片アート紙の原紙面 (裏面) 及び厚さ  $25 \mu\text{m}$  の表面をコロナ放電処理したポリエチレンテレフタレートフィルム (以下、単に「PETフィルム」ともいう) に、バーコーターを用いて乾燥後の塗工量が  $12 \text{ g/m}^2$  となるように塗工し、 $70^\circ\text{C}$  で 2 分間乾燥させて感熱性粘着シートを得た。

## 【0084】

## 実施例 7

固体可塑剤として実施例 2 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシ

クロヘキシル) フタレート  $[(a+b)/c=58/42]$  を用いた以外は、実施例 6 と同様にして固体可塑剤水分散液及び感熱性粘着剤の調製、及び感熱性粘着シートの作製を行った。

#### 【0085】

##### 実施例 8

固体可塑剤として実施例 3 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート  $[(a+b)/c=62/38]$  を用いた以外は、実施例 6 と同様にして固体可塑剤水分散液及び感熱性粘着剤の調製、及び感熱性粘着シートの作製を行った。

#### 【0086】

##### 実施例 9

固体可塑剤として実施例 4 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート  $[(a+b)=100\text{モル\%}]$  を用いた以外は、実施例 6 と同様にして固体可塑剤水分散液及び感熱性粘着剤の調製、及び感熱性粘着シートの作製を行った。

#### 【0087】

##### 比較例 2

固体可塑剤として比較例 1 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート  $[(a+b)/c=50/50]$  を用いた以外は、実施例 6 と同様にして固体可塑剤水分散液及び感熱性粘着剤の調製、及び感熱性粘着シートの作製を行った。

#### 【0088】

##### 性能試験 1

実施例 6～9 及び比較例 2 で得られた感熱性粘着シートについて下記の性能試験を行った。

##### (接着強度)

PET フィルムに塗工して得られた感熱性粘着シートを幅 25 mm、長さ 125 mm の大きさに切断して試験片とした。この試験片を 120℃ で 30 秒間加熱して粘着性を発現させ、ガラス板 [岩城硝子 (株) 製、Micro Slide Glass 白緑

磨)上に置き、ゴムロールで2kgの荷重をかけて1往復することにより貼付した。これを23℃、50%RHの雰囲気下に1日放置した後、引張り試験機(オリエンテック社製、テンシロンUCT-5T)を使用して、引張り速度300mm/分、剥離角度180°で接着力(N/25mm)を測定した。その結果を表1に示す。

(耐ブロッキング性)

片アート紙に塗工して得られた感熱性粘着シート4枚をアート紙の光沢面(表面)と感熱性粘着剤を塗工した面(裏面)とが接するように重ね、500gf/cm<sup>2</sup>(=49kPa)の荷重をかけて55℃の雰囲気下に24時間放置した後、以下の基準で耐ブロッキング性の評価を行った。その結果を表1に示す。

- 5: 剥離抵抗なく剥離した。
- 4: 剥離時に若干音を発しながら剥離した。
- 3: 剥離時に連続的に音を発しながら剥離した。
- 2: 剥離時に紙の繊維が一部粘着層に残った。
- 1: ブロッキングにより紙が破れた。

【表1】

表 1

	接着強度 (N/25mm)	耐ブロッキング性
実施例6	12.3	5
実施例7	13.9	5
実施例8	15.0	5
実施例9	14.7	5
比較例2	9.6	4

【0089】

表1の結果から、実施例6～9の感熱性粘着シートは比較例2の感熱性粘着シートと比較して接着強度が著しく高い上、耐ブロッキング性にも優れていることが分かる。

## 【0090】

## 実施例 10

## (固体可塑剤水分散液 1 の調製)

固体可塑剤として実施例 5 で得られたビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート [c = 100 モル%] 100 重量部、分散剤としてアニオン系界面活性剤 (ポリカルボン酸アンモニウム塩) 15 重量部及び水 80 重量部を混合し、ボールミルを用いて平均粒子径が  $2.2 \mu\text{m}$  になるまで粉碎することにより、ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレートの水分散液 (固体可塑剤水分散液 1) を得た。なお、固体可塑剤の平均粒子径は、レーザ回折式粒度分布測定装置 ((株) 堀場製作所製、LA-500) により測定し、メジアン径で記載した。

## (固体可塑剤水分散液 2 の調製)

固体可塑剤としてレゾルシノールビス [ジ (2, 6-ジメチルフェニル) ホスフェート] (融点:  $95^{\circ}\text{C}$ ) 100 重量部、分散剤としてアニオン系界面活性剤 (ポリカルボン酸アンモニウム塩) 15 重量部及び水 80 重量部を混合し、ボールミルを用いて平均粒子径が  $2.6 \mu\text{m}$  になるまで粉碎することにより、レゾルシノールビス [ジ (2, 6-ジメチルフェニル) ホスフェート] の水分散液 (固体可塑剤水分散液 2) を得た。

## (感熱性粘着剤の調製)

上記で調製した固体可塑剤水分散液 1 と 2 とを、固形分重量比で、ビス (シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル) フタレート : レゾルシノールビス [ジ (2, 6-ジメチルフェニル) ホスフェート] = 50 : 50 となるように配合した固体可塑剤水分散液中に、熱可塑性樹脂としてのアクリル系重合体 (2-エチルヘキシルアクリレート-スチレン-アクリル酸共重合体、ガラス転移温度  $T_g$ :  $25^{\circ}\text{C}$ ) の水系エマルジョン、粘着付与剤としてのテルペン樹脂の水系分散液及び水を加えて均一になるまで攪拌し、固形分濃度 47 重量%の感熱性粘着剤を得た。このときの配合比は、固体可塑剤 100 重量部に対して熱可塑性樹脂 (アクリル系重合体) 17 重量部、粘着付与剤 (テルペン樹脂) 26 重量部であった。

## (感熱性粘着シートの作製)

上記で調製した感熱性粘着剤を秤量  $84.9 \text{ g/m}^2$  の片アート紙の原紙面 (裏面) 及び厚さ  $25 \mu\text{m}$  の表面をコロナ放電処理したポリエチレンテレフタレートフィルム (以下、単に「PETフィルム」ともいう) に、バーコーターを用いて乾燥後の塗工量が  $12 \text{ g/m}^2$  となるように塗工し、 $40^\circ\text{C}$  で2分間乾燥させて感熱性粘着シートを得た。

## 【0091】

## 比較例 3

## (固体可塑剤水分散液 3 の調製)

固体可塑剤としてジシクロヘキシルフタレート (融点:  $65^\circ\text{C}$ ) 100 重量部、分散剤としてアニオン系界面活性剤 (ポリカルボン酸アンモニウム塩) 15 重量部及び水 80 重量部を混合し、ボールミルを用いて平均粒子径が  $2.2 \mu\text{m}$  になるまで粉砕することにより、ジシクロヘキシルフタレートの水分散液 (固体可塑剤水分散液 3) を得た。

## (感熱性粘着剤の調製)

上記で調製したジシクロヘキシルフタレートの水分散液 (固体可塑剤水分散液 3) 中に、熱可塑性樹脂としてのアクリル系重合体 (2-エチルヘキシルアクリレート-スチレン-アクリル酸共重合体、ガラス転移温度  $T_g$ :  $25^\circ\text{C}$ ) の水系エマルジョン、粘着付与剤としてのテルペン樹脂の水系分散液及び水を加えて均一になるまで攪拌し、固形分濃度 50 重量%の感熱性粘着剤を得た。このときの配合比は、固体可塑剤 (ジシクロヘキシルフタレート) 100 重量部に対して熱可塑性樹脂 (アクリル系重合体) 17 重量部、粘着付与剤 (テルペン樹脂) 26 重量部であった。

## (感熱性粘着シートの作製)

上記で調製した感熱性粘着剤を秤量  $84.9 \text{ g/m}^2$  の片アート紙の原紙面 (裏面) 及び厚さ  $25 \mu\text{m}$  の表面をコロナ放電処理した PET フィルムに、バーコーターを用いて乾燥後の塗工量が  $12 \text{ g/m}^2$  となるように塗工し、 $40^\circ\text{C}$  で2分間乾燥させて感熱性粘着シートを得た。

## 【0092】

## 性能試験 2

実施例 1 0 及び比較例 3 で得られた感熱性粘着シートについて下記の性能試験を行った。

### (接着強度、透明性)

P E T フィルムに塗工して得られた感熱性粘着シートを幅 2 5 m m、長さ 1 2 5 m m の大きさに切断して試験片とした。この試験片を 1 4 0 ℃ で 3 0 秒間加熱して粘着性を発現させ、ガラス板〔岩城硝子（株）製、Micro Slide Glass 白緑磨〕上に置き、ゴムロールで 2 k g の荷重をかけて 1 往復することにより貼付した。これを 2 3 ℃、5 0 % R H の雰囲気下に放置し、1 日後、1 ヶ月後、3 ヶ月後に接着強度試験を行った。接着強度試験は、引張り試験機（オリエンテック社製、テンシロン U C T - 5 T）を使用して、引張り速度 3 0 0 m m / 分、剥離角度 1 8 0 ° で接着力（N / 2 5 m m）を測定した。また透明性を目視で確認した。その結果を表 2 に示す。

### (耐ブロッキング性)

片アート紙に塗工して得られた感熱性粘着シート 4 枚をアート紙の光沢面（表面）と感熱性粘着剤を塗工した面（裏面）とが接するように重ね、5 0 0 g f / c m<sup>2</sup>（= 4 9 k P a）の荷重をかけて 4 0 ℃ の雰囲気下に 2 4 時間放置した後、以下の基準で耐ブロッキング性の評価を行った。その結果を表 2 に示す。

- 5：剥離抵抗なく剥離した。
- 4：剥離時に若干音を発しながら剥離した。
- 3：剥離時に連続的に音を発しながら剥離した。
- 2：剥離時に紙の繊維が一部粘着層に残った。
- 1：ブロッキングにより紙が破れた。

【表 2】

表 2

	接着強度 (N/25mm)			透明性			耐ブロッ キング性
	1 日後	1 ヶ月後	3 ヶ月後	1 日後	1 ヶ月後	3 ヶ月後	
実施例10	15.7	15.3	14.9	透明	透明	透明	5
比較例 3	9.4	0	0	透明	不透明	不透明	3

表 2 の結果から、比較例 3 の感熱性粘着シートは 1 ヶ月後に固体可塑剤が再結晶化して不透明になり、接着強度が 0 になってしまうのに対して、実施例 10 の感熱性粘着シートは、3 ヶ月後でも高い透明性、接着強度を維持しており、また、耐ブロッキング性も優れていることが分かる。

## 【0093】

## 【発明の効果】

本発明のビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、dl-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート、meso-ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレート及び熱可塑性樹脂組成物は、立体異性体の比率が特定の範囲にあるか又は特定の立体構造を有するので、感熱粘着剤に用いた場合に、接着強度や耐ブロッキング性、接着強度及び透明性の持続性などを向上させることができる。

本発明の感熱粘着剤及び感熱性粘着シートは、3 種の異性体の比率が特定範囲にあるビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを固体可塑剤として用いるので、接着強度や耐ブロッキング性、接着強度及び透明性の持続性などに優れる。

本発明によれば、また、光学分割剤等として有用な新規な光学活性ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートが提供される。



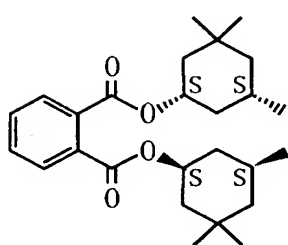
【書類名】 要約書

【要約】

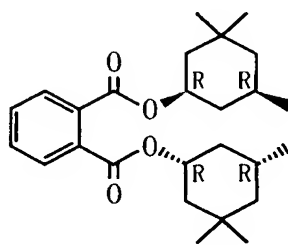
【課題】 接着強度や耐ブロッキング性に優れた感熱性粘着剤を得る上で有用なビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを得る。

【解決手段】 下記式（1）、（2）及び（3）

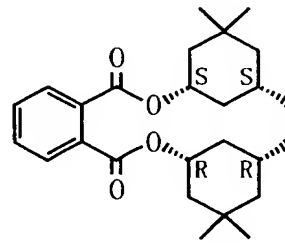
【化1】



(1)



(2)



(3)

で表される立体異性体を下記の割合で含むビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートを提供する。

$50 \text{ モル}\% < a + b$ 、又は  $50 \text{ モル}\% < c$

〔式中、a、b及びcは、それぞれ式（1）、式（2）及び式（3）で表される立体異性体の割合（モル％）を示し、 $a + b + c = 100 \text{ モル}\%$ である〕

前記ビス（シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキシル）フタレートは、シス-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサノールとフタル酸又はその反応性誘導体とを反応させて得られる異性体混合物を晶析等の手段により精製することにより得ることができる。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 0 - 2 0 1 6 2 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 9 0 1 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府堺市鉄砲町 1 番地

氏 名

ダイセル化学工業株式会社